

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

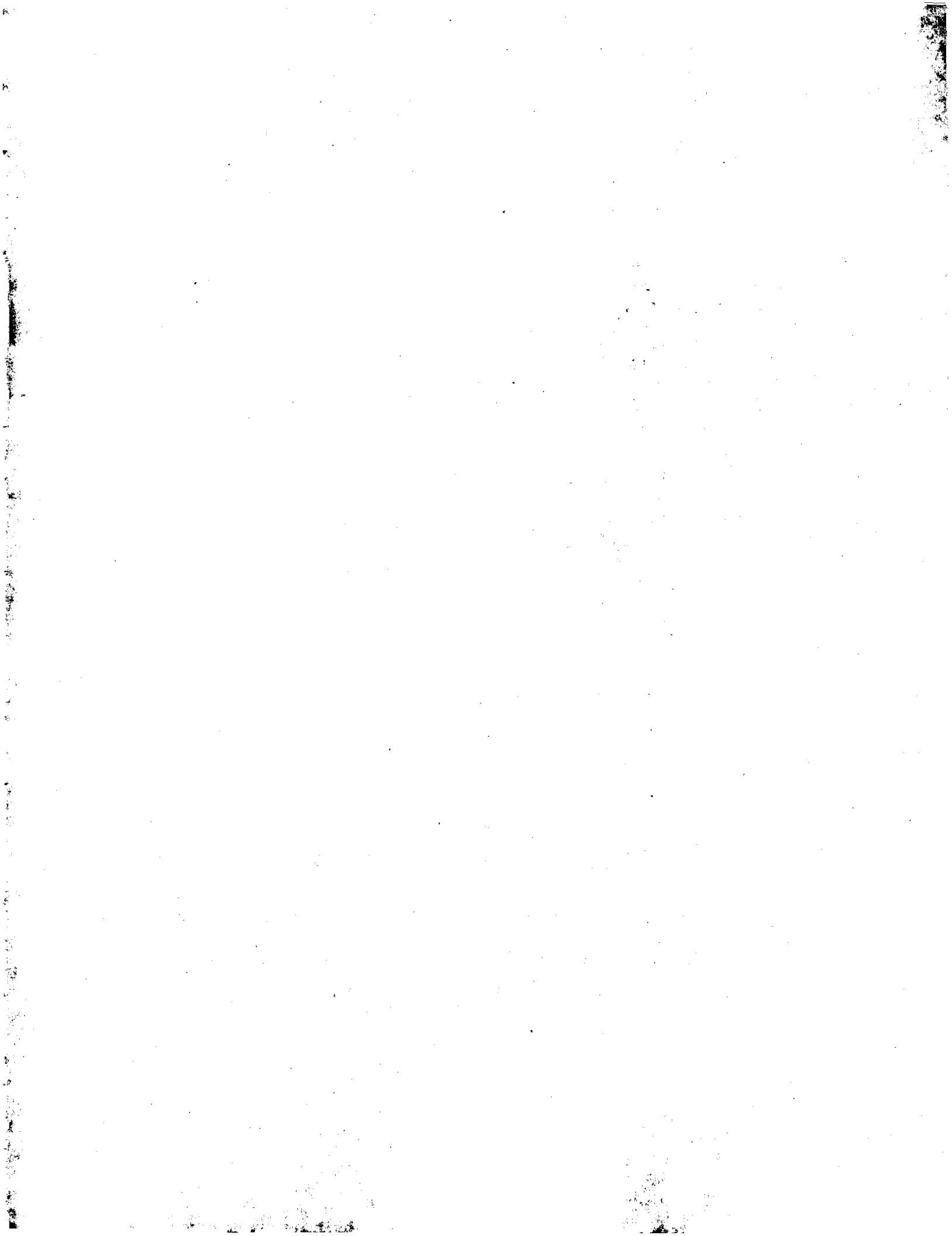
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**



⑤ Int. Cl²
 A 01 N 9/14
 A 01 N 9/20
 A 01 N 9/24
 C 07 C 143/68
 C 07 C 69/02
 C 07 C 79/22
 C 07 C 31/14
 30 F 371.212
 30 F 352
 30 F 332.1
 30 F 36
 30 F 922
 30 F 932
 16 C 46
 16 C 711

⑥日本分類
 30 F 371.212
 30 F 352
 30 F 332.1
 30 F 36
 30 F 922
 30 F 932
 16 C 46
 16 C 711

⑦日本国特許庁

⑧特許出願公告

昭51-3767

特許公報

厅内整理番号 6977-49

発明の数 2

(全 9 頁)

1

⑨新規なハロゲン化化合物の製造法

⑩特 願 昭45-2214

⑪出 願 昭45(1970)1月7日

優先権主張 ⑫1969年1月7日 ⑬フランス 5
国 ⑭6900090

⑭発明者 タニエル・ベルタン

フランス国モンルージュ92リュ・
バルベ30

同 シヤツク・ペロネ

フランス国パリ市6区75ブルバ
ール・ラスパーユ87

同 アンドレ・テシュ

フランス国パリ市13区75リュ・
シャンヌ・ダルク48

⑮出願人 ルセル・ユクラフ

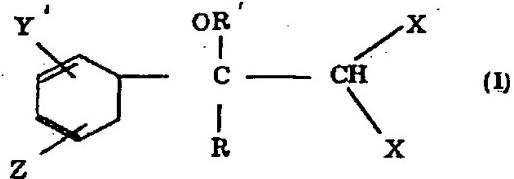
フランス国パリ市7区ブルバール
デ・ザンバリット35

⑯代理人 弁理士 倉内基弘

発明の詳細な説明

本発明は、新規なハロゲン化化合物の製造法を目的とする。

さらに詳しくは、本発明は、次の一般式I



この式で、Rは低級アルキル基又は低級アルキル基を表わし、

Xは塩素原子を表わし、

Zは塩素原子及び臭素原子よりなる群から選択され、

Yは水素原子、塩素原子、臭素原子、低級アルキル基及びニトロ基よりなる群から選択され、

2

R'は水素原子、低級アルキルカルボニル基及び非置換の又は低級アルキル基で置換されたフェニルスルホニル基よりなる群から選択される)

上で使用した用語「低級アルキル」は、好ましくは1~4個の炭素原子を有するアルキル基、例えばメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、n-ブチル又はt-ブチルを示す。「低級アルキル」は、好ましくはエチニルを示す。

化合物Iは、特に農業分野で有害植物及び昆虫化合物を防除するのに使用せしめる顕著な農薬活性、特に除草活性及び殺虫活性を有する。

化合物Iの中でも、特に次の化合物を例挙することができる。

2-(2,5-ジクロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

2-(p-クロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

2-(p-ブロムフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

2-(o-ブロムフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

2-(2,4-ジクロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

3-(p-クロルフェニル)-4,4-ジクロル-1-ブチニ-3-オール

2-(2-クロル-5-メチルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

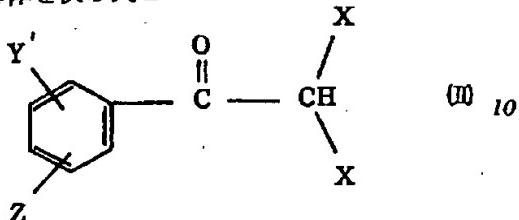
2-(2-メチル-5-クロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

2-(3-ニトロ-4-クロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

2-(p-クロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール・アセタート

2-(2,5-ジクロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール・アセタート

ト
2-(2,5-ジクロルフェニル)-3,3-
ジクロルプロパン-2-オール・トラシ-
ト
本発明の目的である化合物Iの製造法は、飽和又は不飽和の低級アルキル基(R)を有する有機金属誘導体を次の式II



(この式で、X, Y'及びZは前記の意味を有する)の置換2,2-ジハロゲノアセトフェノンに反応させて対応する1-フエニル-1-R-2,2-ジハロゲノエタノールを得、必要ならば、この化合物に、アルカリ性試剤によつてアルコール官能基のアルカリ金属アルコラートへの可能な交換を行なつた後、エステル化剤を作用させ、対応する所望のエステルを分離することを本質的に特徴とする。

本発明の方法は、さらに次の点によつて特徴づけることができる。

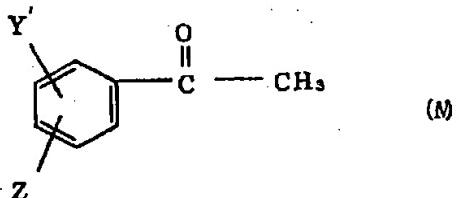
1. 饱和又は不飽和の低級アルキル基(R)を有する有機金属誘導体は、好ましくは、RMgハロゲン化物、例えばRMg臭化物若しくはよう化物である。
2. 有機金属誘導体とケトンとの縮合は、好ましくは、エチルエーテル又はテトラヒドロフランのようなエーテル中で行なわれる。
3. グリニヤール縮合後に得られる金属錯体の分解は、水又は塩化アンモニウム溶液によつて通常の方法に従つて行なわれる。
4. エステル化剤は、ベンゼンスルホン酸ハロゲン化物、低級アルキルベンゼンスルホン酸ハロゲン化物、低級脂肪酸及びこの酸の官能性誘導体(例えば無水物、混成無水物、ハロゲン化物又は金属塩)からなる群より選択される。
5. 低級脂肪酸、またはこの酸の官能性誘導体によるエステル化は、p-トルエンスルホン酸のような脱水剤の存在下に有利に行なわれる。
6. ベンゼン又は低級アルキルベンゼンスルホン酸ハロゲン化物によるエステル化は、好ましくは、

アルカリ金属(例えばナトリウム又はカリウム)アルコラート官能基に対して行なわれる。式IIの出生成物、2,2-ジハロゲノアセトフェノンは、フリーデル・クラフツ反応に従つて、シハロゲノアセチルクロリド(ClCOCH₂)と次の式III



(ここで、X, Y'及びZは前記の意味を有する)の芳香族誘導体とを反応させることによつて製造することができる。

同様に、式IIの2,2-ジハロゲノアセトフェノンは次の式IV



(ここで、X, Y'及びZは前記の意味を有する)のアセトフェノンの置換誘導体にハロゲンXを作用させることによつて製造することができ、そして前記ケトン(IV)自体は、フリーデル・クラフツ反応に従つて、特にIIIの芳香族誘導体にアセチルクロリド反応させることによつて得ることができる。

2,2-ジハロゲノアセトフェノンの製造例は、ベルギー国特許第717,863号に見られる。このような製造の2つの例は実験の部でさらに示す。

また、一般式Iに相当する特定の化合物、2-(3-ニトロ-4-クロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オールは、次の方法によつても得ることができる。

2-(p-クロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール、アセタートにニトロ化剤を作用させ、所望生成物を分離する。

同様にして、本発明は、活性物質として1種又数種の一般式Iの化合物を含有する農薬組成物、特に除草性及び(又は)殺虫性組成物に係る。こ

これらの組成物は、例えば、その組成物の物質の均一な分散を期す(他のこともするが)ためのビヒクル及び(又は)陰イオン性、陽イオン性若しくは非イオン性表面活性剤とともに、混合物として活性成分を含有する粉剤、顆粒剤、懸濁液、乳剤、⁵溶液の形とすることができます。使用されるビヒクルは、水、アルコール、炭化水素又は他の有機溶媒、鉱物油、動物油又は植物油のような液体、或いはタルク、粘土、けい酸塩、けいそう土のような粉末とすることができます。

散布用、粉剤、水和剤又は粒剤の形をとる固体組成物は、活性化合物を不活性固体物質とともに粉碎することによって、又は活性成分の溶媒溶液でもつて固体担体を含浸せしめ、次いで乾燥させることによって製造することができます。

ビヒクル又は表面活性剤に加えて、これらの組成物は、活性成分として1種又は数種の式Iの化合物を含有し、さらにはその他の農業、すなわち除草剤及び(又は)殺菌剤、殺生物剤、殺虫剤等そして植物の成長に影響を与える性質を有する物質も含有することができます。

本発明の組成物は、もちろんそれらの農業活性、特に除草活性及び(又は)殺虫活性を發揮するのに十分な薬量で施用される。組成物中の活性物質の薬量は、特に防除すべき植物及び(又は)昆虫、²⁰土壤の性質並びに雰囲気の条件の関数として変わること。

次の例は本発明を例示するものであるが、しかし本発明を限定するものではない。

製造例 1

^{2', 5-}ジクロル-2, 2-ジクロルアセトフェノン

400タのp-ジクロルベンゼンと600タの塩化アルミニウムとの混合物を85℃に加熱し、除々にその中へ588タのジクロルアセチルクロリドを加え、その反応媒体の温度を+110℃となし、この温度を4時間保つ。この反応溶液を水、水及び塩酸の混合物中に注ぎ、その水性酸性相をエチルエーテルで抽出し、溶媒を蒸留して除去し、その残留物を再蒸留し、355タの^{2', 5-}ジク⁴⁰ロル-2, 2-ジクロルアセトフェノンを得る。
bp = 137℃ / 3mmHg。

この化合物は、ステパンフによりZhur.Org. Khim., 2(5), 934 (1966)に記載され

ている。

製造例 2

p-及びo-ブロム-2, 2-ジクロルアセトフェノン

78.5タのブロムベンゼンと73タの塩化アルミニウムとの混合物中に74タのジクロルアセチルクロリドを30分間で導入する。次いで、この混合物を100℃で2時間加熱し、次いで冷却後それを水、水及び塩酸の混合物中に注ぎ、その水

¹⁰性酸性相を塩化メチレンで抽出し、溶媒を蒸留して除去し、その残留物を再蒸留し、p-ブロム-2, 2-ジクロルアセトフェノンとo-ブロム-2, 2-ジクロルアセトフェノンとの混合物94タを得る。bp = 103~104℃ / 0.3mmHg。

¹⁵これら2つの化合物は通常の方法によって分離することができる。

例 I

2-(2, 5-ジクロルフェニル)-3, 3-ジクロルプロパン-2-オール

-10℃に冷却しておいた160ccの臭化メチルマグネシウムのエーテル溶液(1.25モル/l)中に、51.6タの^{2', 5-}ジクロル-2, 2-ジクロルアセトフェノンを80ccのエチルエーテルに溶解した溶液を-10℃で約45分間で導入し、²⁵その反応混合物を20℃にゆっくりと戻し、次いでそれをこの温度で1時間かきませ、その中へ塩化アンモニウム飽和水溶液を導入し、その有機相をデカンテーションにより分離し、それを塩化アンモニウム水溶液で洗浄し、乾燥し、減圧下に濃縮乾固させる。得られた粗生成物(30タ)を高

³⁰真空中に再蒸留し、18タの2-(2, 5-ジクロルフェニル)-3, 3-ジクロルプロパン-2-オールを得る。bp = 94℃ / 0.2mmHg。
分析: C₉H₈C₁₄O = 273.98

理論値: C% 39.45 H% 2.94 C₁₅1.76

実測値: 39.2 3.0 51.6

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 II

2-(p-クロルフェニル)-3, 3-ジクロルプロパン-2-オール

-10℃に冷却しておいた100ccのよう化メチルマグネシウムのエーテル溶液(2モル/l)中に、37.5タのp-クロル-2, 2-ジクロル

アセトフェノン (J. Chem. Soc. 203 (1949) に記載) を 120cc のエチルエーテルに溶解した溶液を約1時間で導入し、次いでその反応混合物を通常温度に戻し、そして20時間かきませ、その中へ塩化アンモニウム飽和水溶液₅を導入し、その有機相をデカンテーションにより分離し、それを塩化アンモニウム水溶液で洗浄し、乾燥し、それを減圧下に濃縮乾固する。得られた粗生成物(25g)を真空中で再蒸留し、17.3gの2-(p-クロルフェニル)-3,3-ジクロロルブロバン-2-オールを得る。

bp = 93°C / 0.2mm Hg.

分析: C₉H₈Cl₃O = 239.53

理論値: C% 45.12 H% 3.79 C1% 44.40

実測値: 45.6 3.9 44.40

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例IIに記載した態様と類似の態様で2-(p-ブロムフェニル)-3,3-ジクロルブロバン-2-オール、2-(o-ブロムフェニル)-3,3-ジクロルブロバン-2-オール及び2-(2,4-ジクロルフェニル)-3,3-ジクロルブロバン-2-オールを製造する。

知る限りでは、これらの3つの化合物は文献に記載されていない。

これらの化合物の製造に関する指針は以下に要約する。

p-ブロム-2,2-ジクロルアセトフェノンとo-ブロム-2,2-ジクロルアセトフェノンとの混合物_{55g}から出発して、2-(p-ブロムフェニル)-3,3-ジクロルブロバン-2-オールと2-(o-ブロムフェニル)-3,3-ジクロルブロバン-2-オールとの混合物_{35g}を得る。bp = 97°C / 0.2mm Hg

分析: C₉H₈BrCl₃O = 283.98

理論値: C% 38.6 H% 3.19 Br% 28.14

C1% 24.97

実測値: 38.1 3.2 28.0
24.5

この混合物は、通常の方法によつて2つの成分₄₀に分離することができる。同様に、p-ブロム-2,2-ジクロルアセトフェノン及びo-ブロム-2,2-ジクロルアセトフェノンから出発して前記2つの化合物を得ることができる。

30gの2',4'-ジクロル-2,2-ジクロルアセトフェノン(ベルギー国特許第717863号に記載)から出発して25.5gの2-(2,4-ジクロルフェニル)-3,3-ジクロルブロバン-2-オールを得る。bp = 96°C / 0.1mm Hg
分析: C₁₀H₈Cl₄O = 273.98

理論値: C% 39.45 H% 2.94 C1% 51.76

実測値: 39.3 3.0 52.0

例 III

3-(p-クロルフェニル)-4,4-ジクロル-1-ブチル-3-オール
55.0ccの臭化エチルマグネシウムのテトラヒドロフラン溶液(0.575モル/臭化エチルマグネシウムに相当: L. ゴパンにより

15 Annales de Chimie, 5, 535 (1960) No. 13シリーズに記載の方法に従つて製造)中に、アセチレンを吹き込みながら、33.5gのp-クロル-2,2-ジクロルアセトフェノンを35ccのテトラヒドロフランに溶解した溶液を周囲温度で約1時間で導入し、30分間アセチレンの吹き込みを続け、次いでその反応混合物を16時間かきませ、その中へ塩化アンモニウム飽和水溶液を導入し、その有機相をデカンテーションにより分離し、それを塩化ナトリウム水溶液で洗浄し、乾燥し、減圧下に濃縮乾固させる。

得られた粗生成物(39g)はシリカゲル上を通過させてクロマト分離し、溶離用溶媒としてベンゼンを使用する。このようにして、19gの3-(p-クロルフェニル)-4,4-ジクロル-1-ブチル-3-オールを得る。

この化合物のサンプルを真空中で再蒸留する。

bp = 100°C / 0.1mm Hg

分析: C₁₀H₈Cl₄O = 249.52

理論値: C% 48.13 H% 2.82 C1% 42.63

実測値: 48.0 2.9 42.3

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例IIIに記載の方法と類似の方法によつて、25gの2',5-ジクロル-2,2-ジクロルアセトフェノンから出発して、17.5gの3-(2,5-ジクロルフェニル)-4,4-ジクロル-1-ブチル-3-オールを得る。mp = 57°C (石油エーテル中で結晶化)。
分析: C₁₀H₈Cl₄O = 283.97

9

理論値: C%42.29 H%2.13 Cl%49.95

実測値: 2.1 2.2 50.2

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 IV

2-(p-クロルフェニル)-3,3-ジクロ

ルプロパン-2-オール・アセタート

8.9.6 gの2-(p-クロルフェニル)-3,

3-ジクロルプロパン-2-オール、900ccの

無水酢酸及び5.1 gのp-トルエンスルホン酸の

混合物を静かに16時間放置する。次いで、この

ようにして得られた混合物を水中に注ぎ、その有

機相をデカンテーションし、それを水洗し、クロ

ロホルムに溶解し、乾燥し、溶媒を真空中で蒸発

させる。その残留物をイソプロピルエーテル中で

再結晶し、5.6 gの2-(p-クロルフェニル)

-3,3-ジクロルプロパン-2-オール・アセ

タートを得る。mp=70°C

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例IVに記載の方法と類似の方法によつて、

4.0.5 gの2-(2',5'-ジクロルフェニル)-

3,3-ジクロルプロパン-2-オールから出発

して、2.8 gの2-(2,5-ジクロルフェニル)

-3,3-ジクロルプロパン-2-オール・アセ

タートを得る。mp=122°C。

分析: C₁₁H₁₀C₁₄O₂=316.01

理論値: C%41.81 H%3.20 Cl%44.88

実測値 41.7 3.3 45.1

知る限りでは、この化合物は文献に記載されて30

いない。

例 V

2-(2,5-ジクロルフェニル)-3,3-

ジクロルプロパン-2-オール・トシラート

2.7 gの2-(2,5-ジクロルフェニル)-35

3,3-ジクロルプロパン-2-オールを300

ccのテトラヒドロフランに溶解した溶液中に、5

gの50%油中水素化ナトリウムを15分間で導入する。

次いで、その混合物を30分間還流させ、次いで40

でその中へ1.9 gのp-トルエンスルホン酸クロ

リドを導入する。さらに2時間還流を続け、次い

で冷却し、エーテルで希釈し、水の上に注ぐ。そ

の有機相をデカンテーションし、それを乾燥し、

10

溶媒を真空中で蒸発させる。その残留物を再蒸留し、30%の2-(2,5-ジクロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール・トシラートを得る。bp=78°C/0.5mmHg。

分析: C₁₆H₁₄C₁₄O₃S=428.16

理論値: C%44.88 H%3.30 Cl%33.13 S%7.49

実測値 44.3 3.3 33.3 7.2

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 VI

2-(2-クロル-5-メチルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール及び2-(2-メチル-5-クロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

-10°Cに冷却しておいた200ccのよう化的メチルマグネシウムのエーテル溶液(1モル/l)中に、2-クロル-5-メチル-2,2-ジクロロアセトフェノン及び2-メチル-5-クロロ-

2,2-ジクロラーセトフェノンの混合物(フランス国特許第1,550,129号に記載の方法に従つて製造)3.5 gを50ccのエチルエーテルに溶解した溶液を約45分間で導入し、次いでその反応混合物を通常温度に戻し、次いでそれを1時間かきませ、その中へ塩化アンモニウム飽和水溶液を導入し、その有機相をデカンテーションにより分離し、それを水洗し、乾燥し、減圧下に濃縮乾固させる。得られた粗生成物(4.0 g)は真空中で再蒸留し、かくして2-(2-クロル-5-メチルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オールと2-(2-メチル-5-クロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オールとの混合物2.2 gを得る。bp=95°C/0.3mmHg。

分析: C₁₀H₁₁C₁₄O=253.56

理論値: C%47.38 H%4.38 Cl%41.96

実測値 47.6 4.4 41.7

この2つの異性体は通常の方法によつて分離することができる。

知る限りでは、これらの2つの化合物は文献に記載されていない。

同様に、2つの出発物質であるジクロルアセトフェノン異性体は通常の方法によつて分離することができ、またそれに対して別個に上記のよ

11

うなアルキル化を行なうことができる。

例 V

2-(3-ニトロ-4-クロルフェニル)-3,

3-ジクロルプロパン-2-オール

-10℃に冷却した400ccの発煙硝酸中に、
45.7gの2-(p-クロルフェニル)-3,3-

ジクロルプロパン-2-オール・アセタート

(例4に記載)を45ccの無水酢酸に溶解した溶
液を約30分間でかきまぜながら導入し、次いで
その反応混合物を周囲温度で放置し、そして3時

間かきまぜる。次いで、氷の上に注ぎ、クロロホ
ルムで溶解する。その有機相を水洗し、乾燥し、
減圧下に濃縮乾固させる。

得られた粗生成物(40g)はシリカゲル上で
クロマト分離し、ベンゼン/酢酸エチル混合物
(9/1)で溶離する。かくして、24gの2-(
3-ニトロ-4-クロルフェニル)-3,3-

ジクロルプロパン-2-オールを得る。

この化合物のサンプルを真空中で再蒸留する。

b.p.=158℃/0.4mmHg。

分析: C₉H₈C₁N₂O₃=284.53

理論値: C% 37.99 H% 2.83 C 1% 37.39

N% 4.92

実測値 37.6 2.9 37.2

4.8

知る限りでは、この化合物は文献に記載されて
いない。

前に示したように 化合物 I は除草性及び殺虫
性を持っている。

化合物 I の除草活性は、大植物種族の代表的な
植物に対する試験によって立証することができる。

また、殺虫性については、しようじようばえ、
油虫及びこくぞう虫に対する試験によって立証す
ることができる。

これらの試験の詳細は次に示す。

12

例 1

除草性の研究

この試験は、次の植物、アグロスチス
(Agrostis)、オート麦、菊、亜麻、からし
クローバー、ビート、小麦、とうもろこし及びす
ずめのてつぼうに対して行なう。

a) 発芽前処理試験

播種は、下から給水するように二重底にしてあ
る 23cm×14cm×4cm の大きさのアルミニウム
皿の中で行なう。

うね当り 20 個の種子を播布する。生成物及び
植物当りそれを 3 回繰り返す。処理は、播種前に、
1 ヘクタールにつき 1.05 Kg 及び 2.5 Kg の活性物
質の葉量、そして 560 l/ha に相当する希釈
量でローラーカバー上に噴霧することによつて行
なう。次いで、土壤を堀り起こして生成物を表面
から混入し、そして播種を行なう。

若木は、20℃±1℃ 及び 55~65% の相対
湿度で調節した部屋に入れて貯蔵し、照光は日光
色及び輝白色のけい光灯によつて毎日 6 時から
22 時まで行なう。

測定は播種後 21 日間行なう。結果は、未処理
对照例を考慮に入れて、若木の重量を測ることに
よつて、生長の減少パーセントで表わされる。

25 生長の減少パーセントは次の式によつて表わさ
れる。

$$P = 100 \times \frac{\text{対照例若木の重量} - \text{処理若木の重量}}{\text{対照若木の重量}}$$

発芽前処理試験を 2-(2,5-ジクロルフェ
ニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール
(例 1 の化合物) 及び対照化合物アトラシン(2-
クロル-4-エチルアミノ-6-イソプロピルア
ミノ-1,3,5-トリアシン)について行なつ
た。その結果を次表に要約する。

BEST AVAILABLE COPY

植 物	化 合 物 A			アトラジン		
	薬 用 量 Kg/ha					
	5	2.5	1.25	5	2.5	1.25
アグロスチス	100	100	99	100	100	100
オート麦	100	100	98	100	100	100
菊	100	100	100	100	100	100
亜 麻	100	100	100	100	100	100
からし	100	100	100	100	100	100
クローバー	100	100	100	100	100	100
ビ ー ト	100	100	100	100	100	100
小 麦	100	100	100	63	67	62
とうもろこし	85	4	0	10	5	0
すずめのてつぼう	100	100	100	70	63	667

b) 発芽後処理試験

発芽後処理試験の条件は、発芽前処理試験に使用したものに類似する。

処理は播種後18~19日間行ない、測定は処理後11~12日間行なう。

20* 発芽処理試験を2-(2,5-ジクロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オール

(例1の化合物)及び対照化合物リヌロン(N-(3,4-ジクロルフェニル)-N-メトキシ-

* N-メチル尿素)について行なつた。

植 物	化 合 物 A			リヌロン		
	薬 用 量 Kg/ha					
	5	2.5	1.25	5	2.5	1.25
オート麦	80	47	2	100	100	100
小 麦	57	35	13	76	69	52
とうもろこし	44	7	5	49	48	42
すずめのてつぼう	70	59	45	80	69	52
ビ ー ト	100	87	78	100	100	100
菊	100	100	85	100	100	100
亜 麻	100	79	28	100	100	100
からし	100	73	50	100	100	100
クローバー	73	50	50	100	100	100

c) 結論

化合物Iは、試験した全植物に対して顕著な発芽前処理及び発芽後処理除草活性を示す。

例 2¹

殺虫活性の研究

a) しょうじょうばえ (*Drosophila melanogaster*)に対する試験

この試験は蒸気相で活性を測定する。それは、同一直径の結晶皿に背部ペールによって連結したペトリ箱内に昆虫を置くことからなり、前記箱に10は試験すべき化合物のアセトン溶液を付着させ、そして昆虫を入れる前にアセトンを蒸発させる。各濃度につき3回の試験を行ない、また濃度当り25匹(48時間以下の成虫)である。結果は、

8時間後、次いで24時間後の死亡率パーセント 15
(未処理対照例に関して)で表わされる。

例1の化合物、2-(2,5-ジクロルフェニル)-3,3-ジクロルプロパン-2-オールは5タ/mのアセトン溶液で100%の死亡率を与えた。 20

しょうじょうばえに対するこの試験は、化合物Iの極めて顕著な作用を確認させた。

b) 油虫 (*Blabera germanica*)に対する試験

この試験は微量接触法によつて行なう。体長基準に従つて選別した油虫の幼虫は、第2対と第3対の足の間にアセント溶液の微量滴を受けるようする。処理後、“試験昆虫”は20℃で日陰に貯蔵する。防除は、処理後24時間、48時間、そして5日間行なう。リンデンで対比試験を行なう。 25

例1の化合物は5タ/mのアセトン溶液で100%の死亡率を与えた。

化合物Iは、すべての点から油虫に対して極めて有効であることが立証される。

c) こくぞう虫 (*Sitophilus granarius*)に対する試験

この試験は制限された蒸気接触法の試験である。それは、ペトリ箱に昆虫を入れ、その箱の底は上に向け、そしてその底の内部表面はタルクで処理することからなる。生成物は、カバーの内部表面上にアセント溶液として付着させる。アセントを蒸発せしめ、25匹の昆虫を入れる。1時間後にその昆虫を未処理のびんに入れ、飼育する。結果は死亡率パーセントで表わされる。処理後1時間、

24時間、そして4日間計数を行なう。

例1の化合物は5タ/mのアセント溶液で100%死亡率を与えた。

化合物Iはこくぞう虫に対して良い効能を有する。

少くとも1種の化合物Iを活性物質として含有する除草性及び(又は)殺虫性組成物は、一般に10~80重量%、好ましくは10~50重量%の活性物質を含有する。

噴霧用組成物の製造例

10部の活性生成物と90部のタルクとを混合し、細かく粉碎する。このようにして得られた組成物は通常の噴霧装置によつて施用することができる。

乳剤の製造例

次の成分を液体均質乳剤が得られるまで緊密に混合する。

活性生成物	10部
-------	-----

アトロツクス4851*	6.4部
-------------	------

アトロツクス4855**	3.2部
--------------	------

キシレン	80.4部
------	-------

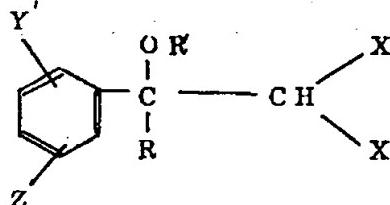
噴霧すべき組成物を得るためにには、この乳剤を等量の水で混合する(水は使用される活性物質の乗量の関数である)。

*アルキルアリールスルホン酸塩とポリオキシエチレン化トリグリセリドとの混合物。25℃の粘度は300~700cp。

**アルキルアリールスルホン酸塩とポリオキシエチレン化トリグリセリドとの混合物。25℃の粘度は1500~1900cp。

⑤特許請求の範囲

1 次の一般式



(この式で、Rは低級アルキル基又は低級アルキニル基を表わし、

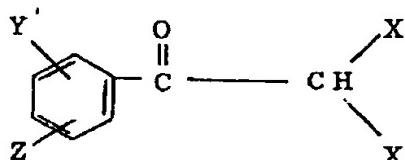
Xは塩素原子を表わし、

Zは塩素原子及び臭素原子よりなる群から選択され、

17

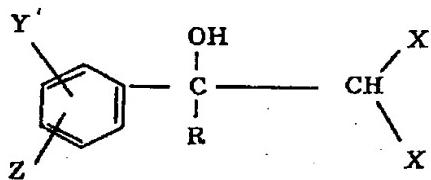
Y' は、水素原子、塩素原子、臭素原子、低級アルキル基及びニトロ基よりなる群から選択され、 R' は水素原子、低級アルキルカニボニル基及び非置換の又は低級アルキル基で置換されたフェニルスルホニル基よりなる群から選択される。⁵ のハロゲン化化合物の少なくとも1種を活性物質として含有する除草剤及び(又は)殺虫剤。

2 RMg ハロゲン化物(ここでRは前記の意味を有する)を次の式



(この式で、X、Y' 及びZは前記の意味を有する)
の置換2,2-ジハロゲノアセトフェノンに反応させて次の一般式

18



(この式で、R、X、Y' 及びZは前記の意味を有する。)
の1-フェニル-1-R-2,2-ジハロゲノエタノールを得、必要ならば、この化合物に、アルカリ性試剤によってアルコール官能基のアルカリ金属アルコラートへの変換を行なつた後、ベンゼンスルホン酸ハロゲン化物、低級アルキルベンゼンスルホン酸ハロゲン化物、低級脂肪酸及びこの酸の官能性誘導体よりなる群から選択されるエステル化剤を作用させて対応するエステルを得ることを特徴とする除草剤及び(又は)殺虫剤の製造法。¹⁵

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPS)